

## NANOPARTIKEL $\text{Fe}_3\text{O}_4@ \text{SiO}_2$ UNTUK APLIKASI PENYERAP LOGAM $\text{Cu}^{2+}$ DALAM AIR

Ari Machfiro<sup>1)</sup>, Munasir<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup>Program Studi Fisika Universitas Negeri Surabaya, email: [arimachfiro@mhs.unesa.ac.id](mailto:arimachfiro@mhs.unesa.ac.id)

<sup>2)</sup>Program Studi Fisika, FMIPA, Universitas Negeri Surabaya, email: [munasir\\_physics@unesa.ac.id](mailto:munasir_physics@unesa.ac.id)

### Abstrak

Pada abad ini, air yang tercemar oleh logam berat adalah salah satu masalah lingkungan. Adsorpsi merupakan metode yang paling efektif dan efisien. Metode adsorpsi digunakan untuk mengetahui kapasitas adsorpsi, efisiensi adsorpsi dan konsentrasi sisa Tembaga (II) menggunakan hasil dari *Voltammetry Cyclic*. Hasil penelitian XRD dan FTIR  $\text{Fe}_3\text{O}_4@ \text{SiO}_2$  menunjukkan bahwa  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  telah berhasil terlapis oleh silika dan teridentifikasi gugus fungsi ikatan Fe-O-Fe dan ikatan Si-O-Si. Pengujian kapasitas adsorpsi dilakukan untuk efek massa adsorban, konsentrasi ion logam berat dan waktu kontak eksternal. Kapasitas adsorpsi menurun seiring dengan meningkatnya massa adsorben dan meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi logam berat. Massa  $\text{Fe}_3\text{O}_4@ \text{SiO}_2$  0,15 gram adalah massa paling baik untuk adsorpsi ion  $\text{Cu}^{2+}$  dengan kapasitas adsorpsi 2.4 mg/g.

**Kata kunci :** Nanopartikel, logam berat, adsorpsi, kapasitas adsorpsi

### Abstract

In this century, water that is polluted by heavy metals is one of the environmental problems. Adsorption is the most effective and efficient method. Adsorption method is used to determine the adsorption capacity, adsorption efficiency and concentration of Copper (II) residues using the results of *Cyclic Voltammetry*. The results of XRD and FTIR  $\text{Fe}_3\text{O}_4@ \text{SiO}_2$  research showed that  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  was successfully coated with silica and identified the functional groups of Fe-O-Fe bonds and Si-O-Si bonds. Adsorption capacity testing is done for the effect of mass of adsorbent, heavy metal ion concentration and external contact time. The adsorption capacity decreases with increasing mass of adsorbent and increases with increasing concentration of heavy metals. The mass of  $\text{Fe}_3\text{O}_4 @ \text{SiO}_2$  0.15 gram is the best mass for adsorption of  $\text{Cu}^{2+}$  ions with adsorption capacities of 2.4 mg / g.

**Keywords:** Nanoparticles, heavy metals, adsorption, adsorption capacity

### PENDAHULUAN

Salah satu kebutuhan utama makhluk hidup adalah air dan wilayah di bumi ini sebagian besar adalah wilayah perairan (USGS, 2011). Namun, sekarang krisis air bersih telah terjadi di dunia ini. Di dunia ini jumlah air bersih yang layak untuk dikonsumsi hanya 1% dan tidak semua air bersih tersebut dapat diakses oleh masyarakat dengan mudah (Rochmi, 2016). Penelitian mengenai *water purification* atau pemurnian air menjadi populer di kalangan peneliti karena saat ini pasokan air bersih yang siap untuk dikonsumsi kurang (Usman, 2014).

Upaya yang luar biasa telah dilakukan untuk mendegradasi ion logam berat dengan berbagai metode seperti presipitasi kimia, adsorpsi, filtrasi membran dan degradasi fotokatalik. (Wei, et al., 2015). Adsorpsi mungkin merupakan metode yang paling efektif dan ekonomis karena mempunyai efisiensi daya serap yang tinggi, biaya yang dibutuhkan juga rendah, kemudahan dalam operasi dan dapat digunakan kembali (*reusability*) (Jin, et al., 2017).

Nanopartikel magnetik dianggap sebagai adsorben yang potensial untuk menghilangkan logam berat dalam air karena luas permukaannya tinggi dan mempunyai keunggulan unik yaitu pemisahan yang

mudah di bawah medan magnet eksternal (Wang, et al., 2010).  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  merupakan nanopartikel magnetit yang populer dan paling banyak dikembangkan.  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  banyak dikembangkan dalam bidang biomagnetik karena mempunyai sifat magnetik yang kuat, toksisitas rendah, kemampuan adsorpsi (penyerap) yang tinggi dan biokompatibilitas yang baik (Yu, et al., 2014). Magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) adalah material ferromagnetik yang sangat baik dengan magnetisasi saturasi yang tinggi dan biokompatibilitas yang baik dan telah digunakan sebagai komponen tambahan dari adsorban (penyerap) untuk pemisahan magnetik dengan magnet eksternal dan tanpa sentrifugasi atau filtrasi. Ada banyak jalan untuk sintesis nanopartikel  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dengan ukuran dan morfologi yang berbeda (Wei, et al., 2015).

Silika telah dikenal sebagai salah satu bahan pelapis paling ideal untuk nanopartikel magnetik  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  karena memiliki stabilitas kimia yang baik, biokompatibilitas, dan permukaan dapat dimodifikasi dengan cepat/lancar. (Fan, et al., 2012). Biasanya, lapisan silika inert pada permukaan magnetit mencegah agregasi dalam larutan, meningkatkan stabilitas kimianya, dan memberikan perlindungan yang lebih baik terhadap toksisitas (Peng, et al., 2011). Silika adalah salah satu senyawa paling ideal untuk digunakan sebagai pelapis

karena beberapa keunggulan uniknya: (a) pelapis silika mencegah nanopartikel  $Fe_3O_4$  dari agregasi dalam rentang pH yang luas dan meningkatkan stabilitas kimianya, (b) permukaan silika sering diakhiri oleh kelompok silanol yang dapat bereaksi dengan agen *silan coupling* untuk berkonjugasi dengan berbagai ligan spesifik dan (c) lapisan  $SiO_2$  menunjukkan perilaku hidrofilitas yang baik (Tadjarodi, et al., 2015).  $Fe_3O_4@SiO_2$  *coreshell* nanopartikel sebagai pembawa biomolekul khusus yang mampu imobilisasi telah membangkitkan minat yang besar dalam penelitian-penelitian saat ini karena  $Fe_3O_4@SiO_2$  merupakan *coreshell* yang biokompatibel, mudah terbarukan, dan stabil terhadap degradasi (Peng, et al., 2011).

Pada penelitian sebelumnya, Yanasin dan Munasir (2017) melakukan penelitian tentang pengaruh variasi komposisi  $Fe_3O_4@SiO_2$  *coreshell* sebagai adsorben logam Pb (II) dengan menggunakan metode AAS menunjukkan bahwa nanopartikel  $Fe_3O_4@SiO_2$  *coreshell* mampu menyerap ion logam Pb (II) dan sampel dengan perbandingan massa  $Fe_3O_4@SiO_2$  1:1 adalah sampel paling baik karena luas permukaannya tinggi dan volume pori yang besar sehingga nilai kapasitas adsorpsinya juga besar yaitu 2,34 mg/g.

Berdasarkan uraian di atas, dari penelitian Yanasin dan Munasir (2017) yang menggunakan metode *ex-situ* untuk sintesis  $Fe_3O_4@SiO_2$  dan memvariasikan komposisi *coreshell*  $Fe_3O_4@SiO_2$  sebagai adsorben logam berat Pb (II) yang menggunakan AAS sebagai metode pengukuran kapasitas adsorpsi. Maka, disini peneliti tertarik untuk mengoptimalkan penelitian Yanasin dan Munasir (2017) dengan memvariasikan komposisi *coreshell*  $Fe_3O_4@SiO_2$  sebagai adsorben yang disintesis menggunakan metode *in-situ* dan memvariasikan waktu kontak adsorpsi serta konsentrasi logam berat Pb(II)/Cu(II) dan menggunakan CV (*cyclic voltammetry*) sebagai metode pengukuran kapasitas adsorpsi. Prekursor yang digunakan dalam penelitian ini yaitu Tetraethylorthosilicate (TEOS).

## METODE

### A. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan adalah gelas ukur, gelas kimia, neraca digital, spatula, pipet, corong, kertas saring, oven, magnet permanen, *hot plate magnetic stirrer*. Bahan yang digunakan adalah pasir besi, larutan HCl, larutan  $NH_4OH$ , aquades, serbuk nanopartikel, larutan ethanol, larutan TEOS.

### B. Variabel Operasional Penelitian

Variabel kontrol dalam penelitian ini adalah volume larutan  $Cu^{2+}$ , konsentrasi larutan  $Cu^{2+}$  yaitu 30 ppm, Waktu kontak (2,5 menit). Variabel manipulasinya

adalah massa komposit  $Fe_3O_4@SiO_2$  mulai dari 0,5 ;0,10; dan 0,15 gram. Sedangkan variabel respon adalah kapasitas adsorpsi  $Fe_3O_4@SiO_2$  *coreshell* pada logam berat.

### C. Prosedur Penelitian

Proses sintesis  $Fe_3O_4@SiO_2$  *coreshell* dilakukan dengan metode *in-situ* yang di mulai dengan serbuk  $Fe_3O_4$  1 gram dicampur dengan aquades 24 ml dan dilakukan ultrasonifikasi selama 30 menit. Apabila sudah dilakukan ultrasonifikasi, selanjutnya dimasukkan Ethanol 240 ml dengan dilakukan pengadukan secara rata. Selanjutnya, ditambahkan Amonia 4 ml dan TEOS 4,8 ml tetes demi tetes. Kemudian di strirrer selama 8 jam pada suhu ruang. Larutan yang dihasilkan akan berwarna hitam kecoklatan dan kemudian dicuci sampai pH 7 dengan aquades

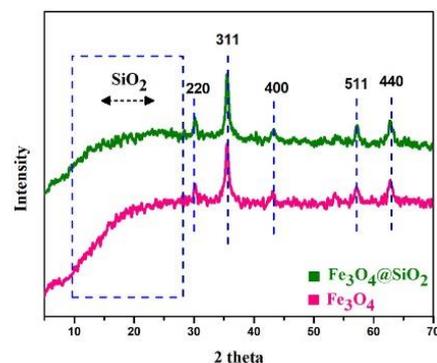
Adsorpsi logam berat dilakukan larutan ion Cu(II) dengan konsentrasi 30 ppm dimasukkan ke dalam 3 botol kecil berukuran 15 ml, kemudian dimasukkan *coreshell*  $Fe_3O_4@SiO_2$  dengan variasi massa 0,05; 0,10; 0,15 gram dengan waktu kontak masing-masing selama 2.5 menit.

### D. Tahap Karakterisasi

$Fe_3O_4@SiO_2$  *coreshell* diuji XRD untuk mengetahui adanya komposit yang terbentuk. FTIR untuk mengetahui gugus fungsi. CV untuk mengetahui kapasitas adsorpsi  $Fe_3O_4@SiO_2$  *coreshell* terhadap logam berat Cu(II).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### A. Struktur $Fe_3O_4/SiO_2$

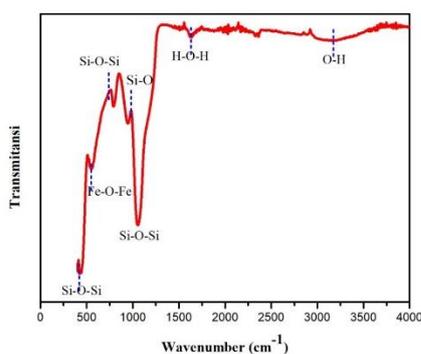


Gambar 1 Hasil uji XRD  $Fe_3O_4$  dan  $Fe_3O_4@SiO_2$

Hasil XRD diatas dapat dilihat bahwa partikel  $Fe_3O_4$  memiliki puncak difraksi yang teridentifikasi pada  $2\theta = 30.1^\circ, 35.5^\circ, 43.1^\circ, 57.1^\circ, \text{ dan } 62.8^\circ$  yang ditandai dalam bidang (220), (311), (400), (511), dan (440). Pada hasil XRD komposit  $Fe_3O_4@SiO_2$  diatas menunjukkan adanya puncak silika yang terletak pada  $26.2^\circ$ , yang membuktikan

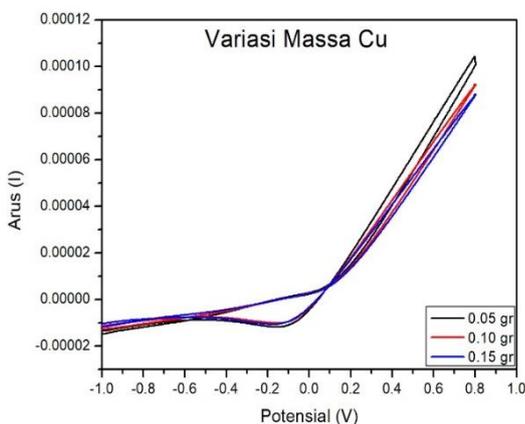
bahwa adanya gabungan dari puncak partikel  $Fe_3O_4$  dan partikel  $SiO_2$ .

Hasil FTIR diatas, bilangan gelombang  $548.83\text{ cm}^{-1}$  terdapat vibrasi ikatan Fe-O-Fe yang merupakan karakteristik dari puncak  $Fe_3O_4$  yang merupakan bagian dari komposit  $Fe_3O_4@SiO_2$ . Pada bilangan gelombang  $421.25\text{ cm}^{-1}$  ikatan Si-O-Si. Pada bilangan gelombang  $790.87\text{ cm}^{-1}$  terdapat ikatan Si-O-Si dan pada bilangan gelombang  $949.36\text{ cm}^{-1}$  yang ditandai untuk *stretch* ikatan Si-O dari si-OH yang menunjukkan adanya lapisan silika disekitar  $Fe_3O_4$ . Vibrasi *asymmetric stretch* ikatan Si-O-Si terdapat pada bilangan gelombang  $1054.43\text{ cm}^{-1}$ . Kemudian, pada  $1696.94\text{ cm}^{-1}$  terdapat vibrasi *bending* dari ikatan H-O-H dan vibrasi *stretching* O-H muncul pada  $3164.80\text{ cm}^{-1}$ .



Gambar 2 Hasil uji XRD  $Fe_3O_4$  dan  $Fe_3O_4@SiO_2$

**B. Hasil Uji CV**



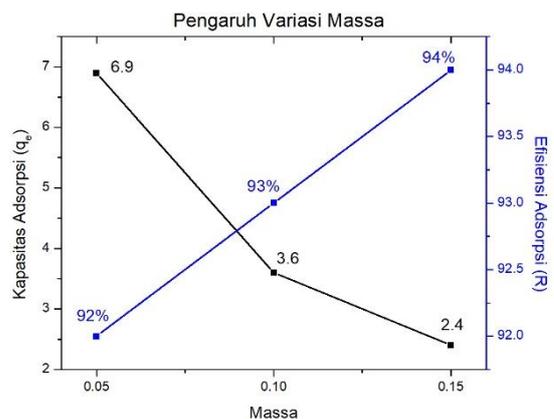
Gambar 3 Hasil uji CV Cu(II) untuk variasi massa

Pada grafik diatas dapat di lihat bahwa pada massa komposit  $Fe_3O_4@SiO_2$  0,05 gram memiliki arus yang paling tinggi yang menunjukkan bahwa konsentrasi yang terdapat pada larutan Pb/Cu juga masih tinggi, selanjutnya adalah massa komposit  $Fe_3O_4@SiO_2$  0,10 gram dan yang terakhir adalah massa 0,15 gram yang artinya pada massa 0,15 gram konsentrasi yang terdapat pada larutan Cu adalah yang terendah. Hal ini menunjukkan bahwa massa

komposit  $Fe_3O_4@SiO_2$  yang paling baik digunakan sebagai adsorben logam berat adalah 0,15 gram.

**Tabel 1** Pengaruh variasi massa dengan konsentrasi awal Cu (II) untuk konsentrasi awal 30 PPM.

Massa (gr)	Konsentrasi (PPM)		Kapasitas Adsorpsi ( $Q_e$ ) (mg/g)	Efisiensi Adsorpsi (R) (%)
	Sisa (Ce)	Teradsorpsi (Co-Ce)		
0.05	2.335	27.665	6.9	92
0.10	2.053	27.947	3.6	93
0.15	1.909	28.091	2.4	94



Gambar 4 Pengaruh variasi massa komposit  $Fe_3O_4@SiO_2$  terhadap nilai kapasitas adsorpsi ( $q_e$ ) dan efisiensi adsorpsi (R)

Gambar diatas menunjukkan bahwa massa adsorben yang digunakan berpengaruh terhadap nilai kapasitas ( $q_e$ ) dan efisiensi adsorpsi (R), dapat dilihat pada gambar diatas bahwa kondisi optimum massa komposit  $Fe_3O_4@SiO_2$  dalam mengadsorpsi logam Cu dicapai pada massa 0.15 gram. Kapasitas adsorpsi Cu juga mengalami penurunan, yaitu 6.9 mg/g, 2.6 mg/g dan 2.4 mg/g, berturut-turut sedangkan untuk nilai efisiensi adsorpsi mengalami kenaikan yaitu berturut-turut mulai dari 92%, 93% dan 94%. Hal ini menunjukkan bahwa semakin banyak massa komposit  $Fe_3O_4@SiO_2$  yang digunakan pada konsentrasi adsorbat yang tetap dan waktu adsorpsi tetap, maka nilai kapasitas adsorpsinya akan semakin menurun/kecil, sedangkan nilai efisiensi adsorpsinya akan semakin besar. Hal ini dikuatkan oleh Barros *et al.*, (2003), yang menyatakan bahwa semakin meningkat bobot adsorben, maka akan ada peningkatan presentasi penyerapan dan penurunan kapasitas adsorpsi.

## PENUTUP

### Simpulan

1. Komposit  $Fe_3O_4@SiO_2$  *coreshell* telah berhasil disintesis dengan menggunakan metode *in-situ*. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa sintesis komposit  $Fe_3O_4@SiO_2$  yang ditandai dengan adanya pola difraksi yang dihasilkan yaitu pola difraksi silika amorf dan pola difraksi oksida besi magnetik ( $Fe_3O_4$ ). Hasil karakterisasi FTIR teridentifikasi gugus fungsi ikatan Fe-O-Fe dan ikatan Si-O-Si yang menunjukkan bahwa  $Fe_3O_4$  telah berhasil terlapis oleh silika.
2. Komposit  $Fe_3O_4@SiO_2$  *coreshell* mampu untuk menyerap logam berat Cu (II). Massa paling baik untuk adsorpsi logam berat dengan variasi massa komposit  $Fe_3O_4@SiO_2$  adalah massa 0,15 gram. Kapasitas adsorpsi Cu (II) dengan massa 0,15 gram adalah 2.4 mg/g.

### Saran

1. Pada saat sintesis komposit  $Fe_3O_4@SiO_2$  sebaiknya memberi perlakuan yang sama atau sesuai dengan langkah-langkah sesuai dengan prosedur agar memperoleh hasil yang sesuai.
2. Untuk digunakan dalam bidang industri sebaiknya membuat komposit  $Fe_3O_4@SiO_2$  dalam skala besar sebagai adsorben sehingga dapat mengurangi pencemaran logam berat dalam air.

## DAFTAR PUSTAKA

- Barros, L.M., Maedo, G.R., Duarte, M.M.L., Silva, E.P., and Lobato. 2003. Biosorption Cadmium Using the Fungus *Aspergillus niger* Braz J. Chem. (20): 1-17
- Fan, F.-L., Qin, Z., Bai, J., Rong, W.-D., Fan, F.-Y., Tian, W., . . . Zhao, L. (2012). Rapid removal of uranium from aqueous solutions using magnetic  $Fe_3O_4@SiO_2$  composite particles. *Journal of Environmental Radioactivity*, 40-45.
- Jin, S., Park, B., Ham, W., Pan, L., & Kim, Y. (2017). Effect of the Magnetic Core Size of Amino-Functionalized  $Fe_3O_4$ -Mesoporous  $SiO_2$  Core-shell Nanoparticles on the Removal of Heavy Metal Ions. *Colloids and Surfaces A : Physicoche., Eng. Aspects*.
- Peng, X., Wang, Y., Tang, X., & Liu, W. (2011). Funtionalized magnetic core-shell  $Fe_3O_4@SiO_2$  nanoparticles as selectivity-enhanced chemosensor for Hg (II). *Dyes and Pigments*, 26-32.
- Rochmi, MN. (2016). Akses Air Bersih Masih Jauh Dari Target. Diakses dari <https://beritagar.id/artikel/editorial/hapuskan-perda-penyebab-ekonomi-biaya-tinggi>.
- Tadjarodi, A., Abbaszadeh, A., Taghizadeh, M., Nafiseh, S., & Asgharinezhad, A. (2015). Solid Phase extraction of Cd(II) dan Pb(II) ion based on a novel functionalized  $Fe_3O_4@SiO_2$  core-shell nanoparticles with the aid of multivariate optimization methodology. *Materials Science and Engineering C*, 416-421.
- Wang, J., Zheng, S., Shao, Y., Liu, J., Xu, Z., & Zhu, D. (2010). Amino-funtionalized  $Fe_3O_4@SiO_2$  core-shell magnetic nanomaterial as a novel adsorbent for aqueous metals removal. *Journal of Colloid and interface Science*, 293-299.
- Wei, C., Yiran, M., Wei, Z., & Lin, G. (2015). One-pot Hydrothermal Synthesis of rGO- $Fe_3O_4$  Hybrid Nanocomposite for Removal of Pb (II) via Magnetic Separation. *School of Chemistry and Environment*, 508-513.